

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

PAT-NO: JP404162505A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 04162505 A

TITLE: MAGNETICALLY SOFT THIN FILM

PUBN-DATE: June 8, 1992

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

SUGAYA, MASATATSU

SATO, YUICHI

NARUMIYA, YOSHIKAZU

INT-CL (IPC): H01F010/14

~~AB~~
 N_b 0.5-20

O_c 0-10

M 0.2-2

B
A1

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain a magnetically soft thin film whose saturation flux density B_s is high and whose permeability μ is high by a method wherein the thin film has the composition in terms of an atomic ratio which is expressed by the formula of

$Fe_{100-(a+b+c)}M_aN_bO_c$ where M is one or more kinds of group 3A elements and (a) to (c) are respectively within specific ranges.

CONSTITUTION: This thin film is provided with the composition in terms of an atomic ratio which is expressed by the formula of

$Fe_{100-(a+b+c)}M_aN_bO_c$ where M is one or more

kinds of group 3A elements, $0.2 \leq a \leq 10$, $0.5 \leq b \leq 20$ and $0 \leq c \leq 10$.

For example, chips of Y are arranged, with good symmetry, on a pure-iron target, a substrate is placed in a position at a distance of 55mm from the composite target, a sputtering operation is executed by a mixed gas of Ar and N_2 , or a mixed gas of Ar, N_2 and O_2 by using an RF

sputtering apparatus. An Fe-M-N or Fe-M-N-O magnetically soft thin film which is provided with the composition expressed in terms of an atomic ratio of $Fe_{88.2}Y_{1.1}N_{10.7}$,

Fe_{88.7}Y_{4.2}N_{3.1}O_{4.0} or the like
and whose

film thickness is at about 1μm is formed on the substrate. While the film is being formed, the substrate is heated to 200°C. After the film has been formed, it is heat-treated in a vacuum in order to enhance its magnetic characteristic.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

⑫ 公開特許公報(A) 平4-162505

⑤ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 平成4年(1992)6月8日

H 01 F 10/14

9057-5E

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全7頁)

⑭ 発明の名称 軟磁性薄膜

⑯ 特 願 平2-287566

⑰ 出 願 平2(1990)10月25日

⑱ 発 明 者 菅 屋 正 達 東京都中央区日本橋1丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内
 ⑱ 発 明 者 佐 藤 雄 一 東京都中央区日本橋1丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内
 ⑱ 発 明 者 成 宮 義 和 東京都中央区日本橋1丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内
 ⑲ 出 願 人 ティーディーケイ株式会社 東京都中央区日本橋1丁目13番1号
 ⑳ 代 理 人 弁理士 石井 陽一 外1名

明 細 書

存在する請求項1ないし3のいずれかに記載の軟磁性薄膜。

1. 発明の名称

軟磁性薄膜

3. 発明の詳細な説明

2. 特許請求の範囲

<産業上の利用分野>

(1) 下記式で表わされる原子比の組成を有することを特徴とする軟磁性薄膜。

式 $Fe_{100-(a+b+c)}M_aN_bO_c$

(上式においてMは、3A族元素の1種以上であり、 $0.2 \leq a \leq 10$ 、 $0.5 \leq b \leq 20$ 、 $0 \leq c \leq 10$ である。)

(2) $a + b + c \leq 20$ である請求項1に記載の軟磁性薄膜。

(3) Feを主成分とする主磁性相を有し、前記主磁性相の結晶粒子の平均結晶粒径Dが1000Å以下である請求項1または2に記載の軟磁性薄膜。

(4) Feを主成分とする主磁性層を有し、前記主磁性相の結晶粒子が全体の50体積%以上

本発明は、軟磁性薄膜、特に高密度記録に適した磁気ヘッド、薄膜インダクタ等に用いられる軟磁性薄膜に関する。

<従来の技術>

磁気記録の分野では、磁気記録の高密度化、高周波化が進んでいる。

そして、磁気記録の高密度化に伴ない、磁気記録媒体の保磁力Hcが高くなってきている。

このため、従来のセンダストやパーマロイを用いた磁気ヘッドでは、軟磁性薄膜の飽和磁束密度Bsが不十分のため、高保磁力、例えば保磁力Hcが1400 Oe以上の磁気記録媒体に

十分にき込むことができない。

このような事情から飽和磁束密度 B_s が高い軟磁性薄膜 (15 kG) が種々提案されている。

これらの提案は、単層膜や、各種多層膜についてのものであるが、製造上の観点からは、構造が単純な単層膜が好ましい。

< 発明が解決しようとする課題 >

本発明の主たる目的は、飽和磁束密度 B_s が高く、透磁率 μ が高い軟磁性薄膜を提供することにある。

< 課題を解決するための手段 >

このような目的は下記 (1) ~ (4) の本発明によって達成される。

(1) 下記式で表わされる原子比の組成を有することを特徴とする軟磁性薄膜。



(上式において M は、3A 族元素の 1 種以上で

である。

すなわち、M は、Sc、Y、La ~ Lu、Ac ~ Lr の 1 種以上である。

これらのうち、良好な軟磁気特性が得られるという点で Y、Sc、La、Ce の 1 種以上、特に Y、Sc が好ましい。

また、M の原子百分率 a は、0.2 ~ 10、好ましくは 0.5 ~ 8、より好ましくは 0.8 ~ 7.5 である。

0.2 at% 未満では、通常のスパッタ装置で成膜する場合微細結晶とならないため、十分な軟磁性が得られず、透磁率 μ が低下する。

10 at% をこえると、飽和磁束密度 B_s が 15 kG 程度未満に低下してしまう。これは、非晶質化したり、結晶性が悪化するためのものであると考えられる。

N の原子百分率 b は、0.5 ~ 20、好ましくは 1 ~ 15、より好ましくは 1.5 ~ 15 である。

0.5 at% 未満では、やはり、通常のスパッ

タ装置で成膜する場合、微細結晶とならず、十分な軟磁気特性が得られない。

20 at% をこえると、飽和磁束密度 B_s が 15 kG 程度未満に低下する。

0 の原子百分率 c は、0 ~ 10、好ましくは 0 ~ 5 である。

0 の添加によっても μ が向上するが、添加量が 10 at% をこえると、飽和磁束密度 B_s が低下する。

さらに、 $a + b + c$ は、20 以下、より好ましくは 15 以下であることが好ましい。

これは、飽和磁束密度 B_s が低下するからである。

なお、薄膜磁気ヘッドに適用した場合、 B_s が 15 kG 未満となると、高保磁力、特に保磁力 H_c が 1400 Oe 以上の磁気記録媒体に対しオーバーライト特性が低下する。

なお、合によっては、さらに炭素 C が、N や O の一部を置換して含有されていてもよい。



上式において M は、3A 族元素の 1 種以上

以下、本発明の具体的構成を詳細に説明する。

本発明の軟磁性薄膜は、上記式で示される原子比組成を有する。

本発明の軟磁性薄膜は、上記式で示される原子比組成を有する。

上式において M は、3A 族元素の 1 種以上

以下、本発明の具体的構成を詳細に説明する。

本発明の軟磁性薄膜は、上記式で示される原子比組成を有する。

上式において M は、3A 族元素の 1 種以上

以下、本発明の具体的構成を詳細に説明する。

この場合、Cの含有量は、O、Nの合計に対して、50at%以下、より好ましくは20at%以下、特に好ましくは0~10at%であることが好ましい。

このような本発明の軟磁性薄膜の組成は、例えば、電子線プローブマイクロ分析 (Electron Probe Micro Analysis EPMA) 法により確認することができる。

軟磁性薄膜の膜厚は、用途等に応じて適宜選択すればよいが、通常1~6 μ m程度である。

このような本発明の軟磁性薄膜は、通常、Feを主成分とする主磁性相と、Mの窒化物あるいは酸化物を主成分とする窒化物相や酸化物相とを有すると考えられる。ただし、窒化物相や酸化物相の粒子は微細なため、通常のX線回折等では検出が困難な場合もある。

主磁性相は、通常、Feを主成分とする結晶粒子にて構成される。そして、結晶粒子は、Feのみで構成されてもよく、あるいはFeにM、窒素や酸素が固溶したものであってもよ

い。

また、窒化物相や酸化物相は、通常、Mの窒化物や酸化物にて構成されるが、さらにMの炭化物等が含まれていてもよい。この場合、Mの窒化物等は、通常、最も安定な窒化物等の形で存在するが、化学量論の組成から多少ずれていてもよい。

主磁性層の結晶粒子の平均結晶粒径Dは、1000Å以下であることが好ましい。

前記範囲をこえると異方性分散を小さくすることができなくなると考えられ、結果として保磁力Hcが大きくなり、軟磁気特性を得ることができない。

そして、平均結晶粒径Dは、より好ましくは500Å以下、さらには400Å以下、特に20~400Åであることが好ましい。

このような場合、特に高い透磁率 μ が得られ、例えば、本発明を薄膜磁気ヘッドに適用した場合、高い再生感度が得られる。

結晶粒子の平均結晶粒径Dは、粉末法による

X線回折線の α -Fe(110)ピークの半値巾 W_{50} を測定し、下記のシェラーの式から求めればよい。

$$\text{式 } D = 0.9 \lambda / W_{50} \cos \theta$$

上式において、 λ は用いたX線の波長であり、 θ は回折角である。

なお、 α -Fe(110)ピークの 2θ は、44.4度である。

また、主磁性相の結晶粒子は全体の50体積%以上、特に80体積%以上存在することが好ましい。

上記範囲未満では保磁力Hcが大きく、軟磁気特性が得られず、しかも飽和磁束密度Bsも低い。

微結晶よりなる主磁性相の体積比率は、例えば透過型電子顕微鏡を用いて、マトリックスの非晶質相と析出している微結晶相の体積比にて求めればよい。

本発明の軟磁性薄膜を成膜するには、蒸着、スパッタリング、イオンプレーティング、

CVD等の気相法を用いればよい。

成膜時には、通常、基板を100~300℃に加熱する。基板温度がこれより高いと成膜される軟磁性薄膜の主磁性相および酸化物相の結晶粒が成長してくる。また、基板温度が100℃以下の場合には、膜が厚くなると基板から剥離するようになってくる。

軟磁性薄膜をスパッタ法により形成するには、例えば、以下のようにする。

ターゲットには、合金鑄造体や焼結体さらには複合ターゲット等を用いる。

窒素を膜中に混入するためには、窒素雰囲気中の反応性スパッタでもよく、あるいは、ターゲットに窒化物を用いてもよい。

スパッタリングは、Ar等不活性ガス雰囲気下で行なわれる。

そして、反応性スパッタの場合は、窒素を1~20体積%、酸素を0~2.5体積%程度含有させればよい。

スパッタの方式には特に制限はなく、また、

使用するスパッタ装置にも制限はなく、通常のものを用いればよい。

なお、動作圧力は、通常、RFスパッタの場合には $3 \sim 30 \times 10^{-4}$ Torr程度、このほかの諸条件は、スパッタ方式の種類等に応じ適宜決定する。

成膜直後の膜は、非晶質でも、あるいは結晶質すなわち結晶粒子が存在してもよい。

本発明においては、軟磁性薄膜の軟磁気特性をより一層向上させるために熱処理を行うことが好ましい。この場合、特に下記の条件が好適である。

昇温速度： $2 \sim 10^\circ\text{C}/\text{分程度}$

保持温度： $200 \sim 550^\circ\text{C}$ 、

特に $300 \sim 450^\circ\text{C}$ 程度

保持時間： $5 \sim 100$ 分程度

冷却速度： $2 \sim 20^\circ\text{C}/\text{分程度}$

雰囲気： 1×10^{-4} Torr以下の真空中

またはAr等の不活性ガス中

なお、本発明の場合、微細に分散したM窒化

物やM酸化物が、熱処理による結晶粒子の粒成長を抑制するため、平均結晶粒径Dは前記の範囲内となる。

得られた軟磁性薄膜の直流 ~ 50 Hz程度での保磁力Hcは、 20e 以下、特に 10e 以下であることが好ましい。

また、 1MHz での初透磁率 μ_i は 1000 程度以上のものが得られる。

保磁力Hcが前記範囲をこえると、あるいは初透磁率 μ_i が前記範囲未満であると、磁気ヘッドに適用したとき、記録・再生感度が低下してくる。

また、軟磁性薄膜の飽和磁束密度Bsは、 15kG 以上、特に 17kG 以上のものが得られる。

前記範囲未満であるとオーバーライト特性が悪化し、特に高保磁力の磁気記録媒体への記録が困難となる。

なお、Bs、Hc、 μ_i 等は下記のとおり測定すればよい。

Bs：試料振動式磁力計(VSM)を用いて、 10kOe の磁場中で行なう。

Hc：薄膜ヒストロスコープを用いて行なう。

μ_i ：8の字コイル法を用いて 3mOe の高周波磁場中で測定する。

本発明の軟磁性薄膜は薄膜磁気ヘッド等の各種磁気ヘッドに適用できる。

第1図に、本発明を適用した好適実施例である浮上型の薄膜磁気ヘッドを示す。

第1図に示される薄膜磁気ヘッドは、スライダ7上に、絶縁層81、下部磁極層91、ギャップ層10、絶縁層83、コイル層11、絶縁層85、上部磁極層95および保護層12を順次有する。

本発明においてスライダ7は、材料として従来公知の種々のものを用いればよく、例えばセラミックス、フェライト等により構成される。

この場合、セラミックス、特に Al_2O_3 、 TiC を主成分とするセラミックス、 ZrO_2 、

を主成分とするセラミックス、 SiC を主成分とするセラミックスまたは AlN を主成分とするセラミックスが好適である。なお、これらには、添加物として Mg 、 Y 、 ZrO_2 、 TiO_2 等が含有されていてもよい。

スライダ7の形状やサイズ等の諸条件は公知の何れのものであってもよく、用途に応じ適宜選択される。

スライダ7上には、絶縁層81が形成される。

絶縁層81の材料としては従来公知のものは何れも使用可能であり、例えば、薄膜作製をスパッタ法により行なうときには、 SiO_2 、ガラス、 Al_2O_3 等を用いることができる。

絶縁層81の膜厚やパターンは公知の何れのものであってもよく、例えば膜厚は、 $5 \sim 40\text{nm}$ 程度とする。

磁極は、通常図示のように、下部磁極層91と、上部磁極層95として設けられる。

本発明では、下部磁極層91および上部磁

極層95に、前記式で表わされる原子比組成の軟磁性薄膜を用いる。

このため、高保磁力の磁気記録媒体に対してもオーバーライト特性に優れ、記録・再生感度、特に、高周波数での記録・再生感度が高い磁気ヘッドが得られる。

下部および上部磁極層91、95のパターン、膜厚等は公知のいずれのものであってもよい。例えば下部磁極層91の膜厚は1~5 μ m程度、上部磁極層95の膜厚は1~5 μ m程度とすればよい。

下部磁極層91および上部磁極層95の間にはギャップ層10が形成される。

ギャップ層10には、Al₂O₃、SiO₂等公知の種々の材料を用いればよい。

また、ギャップ層10のパターン、膜厚等は公知の何れのものであってもよい。例えば、ギャップ10の膜厚は0.2~1.0 μ m程度とすればよい。

コイル層11の材質には特に制限はなく、通

常用いられるAl、Cu等の金属を用いればよい。

コイルの巻回パターンや巻回密度についても制限はなく、公知のものを適宜選択使用すればよい。例えば巻回パターンについては、図示のスパイラル型の他、積層型、ジグザグ型等何れであってもよい。

また、コイル層11の形成にはスパッタ法、めっき法等の各種気相被着法を用いればよい。

図示例ではコイル層11は、いわゆるスパイラル型としてスパイラル状に上部および下部磁極層91、95間に配設されており、コイル層11と上部および下部磁極層91、95間には絶縁層83、85が設けられている。

絶縁層83、85の材料としては従来公知のものは何れも使用可能であり、例えば、薄膜作製をスパッタ法により行なうときには、SiO₂、ガラス、Al₂O₃等を用いることができる。

る。

本発明を適用した薄膜磁気ヘッドは、アーム等の従来公知のアセンブリと組み合わせて使用される。

また、前記の薄膜磁気ヘッドを用いて、種々の方式のオーバーライト記録を行うことができる。

本発明の軟磁性薄膜は、このような薄膜磁気ヘッドのほか、MIG(メタル・イン・ギャップ)ヘッド等の各種磁気ヘッドに適用できる。

また、熱処理温度が比較的低い300℃程度で十分な磁気特性が得られるので、ポリイミドなどの高分子フィルムの上に成膜することもできるので、薄膜インダクタ等にも適用できる。

また、上部磁極層95上には保護層12が設けられる。保護層12の材料としては従来公知のものは何れも使用可能であり、例えばAl₂O₃等を用いることができる。

この場合、保護層12のパターンや膜厚等は従来公知のものはいずれも使用可能であり、例えば膜厚は10~50 μ m程度とすればよい。

なお、本発明ではさらに各種樹脂コート層等を積層してもよい。

このような薄膜磁気ヘッドの製造工程は、通常、薄膜作製とパターン形成とによって行なわれる。

各層の薄膜作製には、上記したように、従来公知の技術である気相被着法、例えば真空蒸着法、スパッタ法等を用いればよい。

薄膜磁気ヘッドの各層のパターン形成は、従来公知の技術である選択エッチングあるいは選択デポジションにより行なうことができる。エッチングとしてはウェットエッチングやドライエッチングにより行なうことができ

<実施例>

以下、本発明の具体的実施例を挙げ、本発明をさらに詳細に説明する。

実施例 1

R F スパッタ装置を用いて、表 1 に示される原子比組成を有し、膜厚、約 $1 \mu\text{m}$ の Fe-M-N および Fe-M-N-O 軟磁性薄膜を基板上に成膜した。

まず、純鉄ターゲット上に Y のチップを対称性よく配置し、この複合ターゲットから 55 mm の位置に基板を置き、Ar と N₂ の混合ガスおよび Ar と N₂ と O₂ の混合ガスでスパッタリングを行なった。

なお、基板にはガラス (コーニング社製 7059) を用い、成膜中は基板を 200℃ に加熱した。

主な成膜条件は、下記のとおりである。

スパッタガス: Ar + 1 体積% N₂ ~

Ar + 20 体積% N₂

(必要に応じさらに 0.1 ~ 2.5 体積% の O₂ を加えた。)

スパッタガス圧: 5×10^{-5} Torr

投入電力: 2.4 W/cm²

成膜速度: 160 Å/分

到達真空度: 1×10^{-6} Torr

次に、磁気特性を向上させるために真空度 1×10^{-6} Torr、保持時間 1 時間にて、温度 400℃ または 500℃ の最適温度で熱処理を行なった後に、以下の方法で諸特性を評価した。

(1) 膜組成

特別に純度 99.85% のアルミニウム基板上に成膜した膜を用いて、E P M A 法により求めた。

(2) μ_i

8 の字コイル法を用い、3 mOe の高周波磁場中で測定した。

(3) 保磁力 (Hc)

薄膜ヒストロスコープにより求めた。

(4) 飽和磁束密度 (Bs)

V S M を用いて 10 kOe の磁場中で測定した。

(5) 結晶粒子の平均結晶粒径 (D)

X 線回折法を用いて $\alpha\text{-Fe}(110)$ ピークの半値幅より求めた。

(6) 結晶粒子の含有率

透過型電子顕微鏡を用いて、マトリックスの非晶質相と析出している微結晶相の体積比より求めた。

結果は表 1 に示されるとおりである。

表 1

サンプル No.	組 成 (at%)	at%	Fe	D (Å)	結晶粒子の 含有率 (体積%)	μ_i (MHz)	Hc (Oe)	Bs (kG)
	M	N	O					
1(本発明)	Y1.1	10.7	0.0	330	100	1000	1.4	16.9
2(本発明)	Y2.2	10.8	0.0	180	100	1400	1.0	16.0
3(本発明)	Y4.8	2.6	0.0	200	100	2000	0.6	17.4
4(本発明)	Y1.2	5.4	0.0	190	100	1100	1.2	18.5
5(本発明)	Y3.1	7.3	0.0	220	100	1900	0.8	16.5
6(本発明)	Y4.3	7.9	0.0	270	100	1600	0.9	15.6
7(本発明)	Y4.2	3.1	4.0	360	100	1200	1.1	17.3
8(本発明)	Y2.1	1.6	2.0	310	100	1100	1.2	19.0
9(本発明)	Y1.3	10.5	1.5	280	100	1300	1.1	16.2
10(本発明)	Y1.9	3.8	1.9	230	100	1400	1.0	17.3
11(本発明)	Sc5.1	3.1	0.0	300	100	1800	0.7	17.0
12(本発明)	La4.2	3.5	0.0	220	100	1100	1.2	17.2
21(比較)	Y0.0	9.3	0.0	620	100	280	5.7	17.9
22(比較)	Y0.0	10.1	2.1	580	100	380	3.8	17.0
23(比較)	Y0.0	0.0	0.0	1400	100	240	9.1	20.7
24(比較)	Y4.5	0.2	0.0	510	100	200	9.0	17.5

表1に示される結果から本発明の効果が明らかである。

すなわち、いずれのサンプルも15kG以上の高いBsが得られ、20e以下のHcが得られることから、 μ_i も1000以上のものが得られることがわかる。

そして、本発明のサンプルは熱的安定性や耐食性も良好であった。

また、飽和磁歪値も小さい値であった。

さらに、本発明の軟磁性薄膜を磁気ヘッドに適用して、薄膜磁気ヘッドを製造した。

そして、高保磁力の磁気記録媒体に対し、記録・再生を行なったところ、十分なオーバーライト特性と高周波数での高い記録・再生感度等の優れた電磁変換特性が得られた。この場合、保磁力14000eの媒体に一定の波長の信号を記録し、相対速度を変えて再生して得た再生周波数特性の相対出力は、5MHzまで一定であった。

< 発明の効果 >

本発明の軟磁性薄膜は、飽和磁束密度Bsが高く、透磁率 μ が高く、保磁力Hcが低い軟磁気特性を有し、しかも熱的安定性が良い。

加えて、耐食性が良い。

さらには、単層膜で前記の特性が得られるため、成膜が容易であり、生産歩留りや量産性が高い。

また、本発明の軟磁性薄膜を例えば、磁気ヘッドに適用する場合、高保磁力の磁気記録媒体へ十分な記録を行なうことができ、十分なオーバーライト特性が得られる。

加えて、記録・再生感度、特に高周波数での記録・再生感度が従来のものに比べ格段と向上する。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の軟磁性薄膜を適用した薄膜磁気ヘッドの1例が示される部分断面図である。

符号の説明

- 7 … スライダ
- 81、83、85 … 絶縁層
- 91 … 下部磁極層
- 95 … 上部磁極層
- 10 … ギャップ層
- 11 … コイル層
- 12 … 保護層

出 願 人 ティーディーケイ株式会社
代 理 人 弁 理 士 石 井 陽 一
同 弁 理 士 増 田 達 哉

FIG. 1

